

08/21 8, 920

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

⑪ N° de publication :

(A n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction).

2 245 396

A1

**DEMANDE  
DE BREVET D'INVENTION**

⑯

**N° 74 32444**

⑯ Procédé pour accélérer la cristallisation, notamment pour séparer le tartre du vin, et dispositifs appropriés pour ce procédé.

⑯ Classification internationale (Int. Cl.<sup>2</sup>). B 01 D 9/00, 13/00; C 12 H 1/04.

⑯ Date de dépôt ..... 26 septembre 1974, à 14 h 53 mn.

⑯ ⑯ ⑯ Priorité revendiquée : *Demande de brevet déposée en République Fédérale d'Allemagne le 28 septembre 1973, n. P 23 48 807.5 et demandes de brevets additionnels déposées le 8 août 1974, n. P 24 38 170.2 et le 12 août 1974, n. P 24 38 627.4 et n. P 24 38 694.5 au nom de la demanderesse.*

⑯ Date de la mise à la disposition du public de la demande ..... B.O.P.I. — «Listes» n. 17 du 25-4-1975.

⑯ Déposant : Société dite : HENKELL & CO., résidant en République Fédérale d'Allemagne.

⑯ Invention de :

⑯ Titulaire : *Idem* ⑯

⑯ Mandataire : Office Blétry.

L'invention concerne un procédé pour accélérer la cristallisation, procédé qui convient particulièrement bien, dans la fabrication du vin, pour activer la cristallisation du tartre, lequel peut être alors facilement éliminé sous forme de cristaux. L'invention concerne en outre un dispositif qui convient pour l'exécution de ce procédé, ainsi que des dispositions et des dispositifs pour une accélération supplémentaire de la cristallisation.

5 L'expression "vin" qui sera principalement utilisée dans la description suivante couvre aussi le "vin mousseux". En outre, il convient de noter que l'invention ne se limite pas à la fabrication de ces boissons particulières, mais qu'elle peut être également utilisée dans la fabrication de d'autres boissons contenant du tartre et, de façon générale, pour accélérer la formation de cristaux à partir de solutions sursaturées.

10 15 Le vin et le mousseux fabriqué à partir du vin contiennent un sel qui se forme au cours de la croissance du raisin, le tartre qui se compose essentiellement de bitartrate acide de potassium. La teneur en tartre du raisin ou du moût dépend du degré de maturation des grappes. De façon très générale, le moût de raisin 20 représente, en ce qui concerne le tartre, une solution saturée ou proche de la saturation. La solubilité du tartre dans le moût ou dans le vin dépend de toute une série de facteurs, dont les plus importants sont la teneur en alcool et la température. Dès que le moût est soumis à la fermentation alcoolique, son pouvoir 25 dissolvant à l'égard du tartre diminue fortement du fait de la formation de l'alcool. A la suite de la fermentation alcoolique, la solution saturée primitive représente une solution sursaturée. L'excès de tartre qui se forme de cette manière est donc séparé par formation de cristaux dès que 30 que s'établissent les conditions préalables qui favorisent ce processus. A la suite de la séparation de l'excès de tartre sous forme de cristaux, tout vin représente de nouveau en pratique une solution saturée en ce qui concerne le tartre. Etant donné que la solubilité du tartre dans le vin dépend aussi fortement de la température entre autres facteurs, il s'établit constamment un nouvel 35 excès de tartre lorsque le vin est exposé à une basse température. Le tartre en excès se sépare alors de nouveau par cristallisation, pour peu que se présentent des conditions qui s'y prêtent. Par une nouvelle fermentation du vin en vue de la fabrication de mousseux,

le pouvoir dissolvant pour le tartre est de nouveau amoindri par suite de la nouvelle formation d'alcool, c'est-à-dire qu'il apparaît encore un excès de tartre. D'ailleurs, les mêmes lois s'appliquent au vin mousseux en ce qui concerne la solubilité du tartre.

5 La précipitation de cristaux de tartre dans une bouteille déjà remplie et prête à l'expédition représente un défaut inoffensif, mais qui n'est nullement accepté par le consommateur peu averti de la question, si bien que l'apparition de cristaux dans des bouteilles pleines et prêtes à l'expédition est une source 10 redoutée de réclamations.

Il appartient donc au producteur de vins de prendre les dispositions préventives qui conviennent pour que l'excès de tartre auquel on peut s'attendre soit déjà éliminé à la fabrication ou au traitement, de manière à exclure tout risque de précipitation de cristaux de tartre dans les bouteilles remplies.

15 Ordinairement, l'élimination préventive du tartre s'effectue en exposant le vin aux basses températures (par exemple de -4 à -5°C) pendant une période prolongée (par exemple de 5 à 10 jours), de sorte que la séparation de l'excès de tartre à l'état 20 cristallin qui se produit plus ou moins complètement pendant cette période permette de séparer le vin des cristaux au moyen de séparateurs ou de filtres.

25 Une autre méthode de prévention consiste à convertir l'excès de tartre insoluble en composés solubles en faisant appel à l'échange de cations.

30 A l'aide de l'électrodialyse, il est également possible d'extraire du vin l'excès de tartre.

Pour décider du procédé qu'il y a lieu de choisir pour éliminer le tartre, on se base essentiellement sur des considérations organoleptiques, économiques et de réglementation des 35 produits alimentaires.

En conséquence, l'invention a pour but de proposer un procédé pour séparer le tartre du vin, procédé qui l'emporte sur ceux que l'on connaît déjà, en particulier aux points de vue organoleptique, économique et de la réglementation des produits alimentaires.

35 Ce but est atteint d'après l'invention par le fait que l'excès de tartre est séparé du vin par osmose inversée.

Pour l'osmose inversée, on applique une pression élevée à l'opposé de la direction de la pression osmotique pour forcer l'eau et d'autres éléments facilement traversants à travers une membrane semiperméable à partir de solutions. La fraction 5 du liquide qui passe à travers la membrane est appelée perméat. La fraction du liquide qui est retenue par la membrane est dénommée concentrat.

On utilise l'osmose inversée pour traiter à l'échelle industrielle l'eau de mer ou des eaux saumâtres afin de les rendre 10 potables. Dans l'industrie chimique, des solutions sont purifiées de cette manière ou d'autres solutions sont concentrées. L'intérêt se porte donc, soit sur le perméat, auquel cas le concentrat est rejeté, soit sur le concentrat et le perméat est alors rejeté.

En ce qui concerne les lois auxquelles la cristallisation 15 du tartre est soumise, on constate qu'une cristallisation du tartre s'établit automatiquement dans un vin concentré par application de l'osmose inversée, si bien que les cristaux qui se forment peuvent être facilement extraits du concentrat. Sur la base de cette observation, on a mis au point un procédé qui présente 20 un caractère de nouveauté, tant par rapport à l'application jusqu'ici connue de l'osmose inversée que par rapport aux méthodes jusqu'ici connues d'extraction du tartre.

Le nouveau procédé consiste en ce que le vin introduit dans un dispositif approprié est divisé passagèrement en perméat 25 et en concentrat au moyen de l'osmose inversée. Les cristaux formés dans le concentrat sont séparés en continu à l'aide d'un filtre ou par sédimentation, puis le concentrat et le perméat sont réunis de nouveau. Le vin qui sort à l'extrémité du dispositif ne se différencie dans l'essentiel du vin primitif que 30 par le fait que l'excès de tartre a été éliminé au moyen de ce procédé qui est purement physique.

En comparaison des procédés jusqu'ici connus d'extraction du tartre, il apparaît ce qui suit :

a) Le traitement par des échangeurs de cations n'est absolument 35 pas autorisé depuis longtemps pour le vin et il n'est permis qu'à titre de prorogation pour le vin de base du mousseux. En tant que procédé purement physique, l'osmose inversée est permise sans limitation dans le cadre de la réglementation des produits alimentaires.

b) Au point de vue organoleptique, le vin traité par osmose inversée est au moins comparable au vin qui a été traité par des échangeurs de cations. Mais il doit être considéré comme supérieur à un vin qui a été traité par le froid ou par électro-dialyse.

c) Au point de vue économique, l'osmose inversée permet d'éliminer avec un maximum de sécurité l'excès de tartre du vin, dans des conditions plus économiques que cela ne serait possible avec le traitement par le froid ou l'électrodialyse.

Il est encore possible de développer et d'améliorer le procédé mentionné en ajoutant, dans le cadre des possibilités légales, des quantités appropriées d'acide tartrique pur ou d'un sel pur de l'acide tartrique afin de compenser les pertes de substances qui résultent de la cristallisation, et cela de préférence immédiatement avant le traitement par osmose inversée. De la sorte, les modifications du vin ou du mousseux qui résultent éventuellement de l'extraction du tartre sont corrigées aux points de vue de la saveur et de l'analyse.

La séparation du vin ou du mousseux en perméat et en concentrat lors de l'osmose inversée peut être également utilisée pour procéder à volonté, dans le perméat ou dans le concentrat, pendant la séparation passagère, à un traitement additionnel destiné à stabiliser ou à améliorer le vin ou le mousseux. Par exemple, il est alors possible de procéder, de façon connue en soi, à l'extraction d'un excès de composés soufrés ou de réduire la proportion d'acide.

Un dispositif particulièrement approprié pour le procédé de l'accélération de la cristallisation ou de l'extraction du tartre par osmose inversée, dispositif qui rend possible une exécution continue et, par suite, particulièrement économique du procédé, est caractérisé par le fait qu'il est prévu au moins un module à osmose inversée, avec une entrée qui peut être raccordée à un dispositif générateur de pression, une sortie de concentrat qui est raccordée à une conduite collectrice de concentrat et une sortie de perméat en communication avec une conduite collectrice de perméat, une soupape de régulation pour le débit et un dispositif pour l'extraction des critaux de tartre étant intercalés dans la conduite collectrice de concentrat et un appareil de mesure du débit étant monté dans la conduite collectrice

de perméat, les deux conduites collectrices débouchant dans une conduite commune de sortie.

Par "module à osmose inversée", il y a lieu d'entendre ici un ensemble ou élément de construction à membrane semi-perméable, qui peut être réalisé sous n'importe quelle forme appropriée, par exemple à la manière d'un module tubulaire connu, d'un module à fibres creuses, d'un module à disques, etc. Dans le module, le vin introduit sous pression est séparé en deux courants partiels, dont l'un contient le perméat largement débarrassé de sels et l'autre contient le concentrat enrichi de sels, et principalement de tartre. Etant donné que cette dissociation en courants partiels peut se dérouler en continu, on dispose de la possibilité de traiter une quantité pratiquement quelconque de vin sans interruption de l'opération, le tartre qui se dépose pouvant être extrait également en continu ou par charges successives, pour réunir ensuite les deux courants partiels et reconstituer le vin désormais purifié, et cela dans un rapport volumétrique qui correspond à la composition primitive et qui peut être réglé au moyen de la soupape de réglage placée dans la conduite collectrice de concentrat en tenant compte du débit à travers la conduite collectrice de perméat.

Une forme de réalisation préférée du dispositif selon l'invention est caractérisée par le fait que plusieurs modules sont disposés les uns à la suite des autres de sorte que la sortie de concentrat du précédent soit raccordée à l'entrée du suivant par une conduite intermédiaire et que les sorties de perméat soient reliées aux conduites collectrices de perméat. Par une semblable disposition successive de deux ou de plusieurs modules, on parvient à une concentration plus élevée du tartre dans le concentrat et, par suite, on accélère la précipitation.

Dans ces conditions, il est avantageux d'intercaler, dans au moins une conduite intermédiaire, au moins un dispositif pour éléver la pression, par exemple une pompe. Il est facile de surveiller la pression de la pompe et de la régler à une valeur optimale pour la concentration par osmose inversée et encore admissible pour le module utilisé.

Dans une forme de réalisation particulièrement avantageuse, une sortie de concentrat est en communication avec un branchement qui retourne à une entrée d'un module, située en amont. Un sem-

blable retour d'une partie du concentrat, qui passe alors de nouveau à travers l'un ou plusieurs des modules, augmente la concentration. On peut intercaler opportunément une soupape de réglage dans le branchement. Par un choix judicieux de la quantité partielle recyclée par la conduite de branchement, on peut éventuellement augmenter la vitesse d'écoulement dans les modules, dans une mesure suffisante pour éviter une sédimentation dans ceux-ci.

5 L'extraction du tartre à partir du concentrat peut s'effectuer de n'importe quelle manière, par exemple par sédimentation ou même par des filtres appropriés. Il est de préférence intercalé, dans la conduite collectrice de concentrat, un cristallisateur dont le volume est calculé pour une durée de séjour du concentrat qui convient pour que les microcristaux amorcés par 10 la concentration puissent croître jusqu'à des grosseurs de particules se prêtant à la filtration. Il est par ailleurs avantageux d'intercaler un filtre dans la conduite collectrice de concentrat.

15 Selon une autre idée de l'invention, le rapport volumétrique requis entre concentrat et perméat dans la conduite de sortie peut être maintenu constamment de manière simple si la soupape de réglage placée dans la conduite collectrice de concentrat est commandée automatiquement sous la dépendance du débit dans la 20 conduite collectrice de perméat. A cet effet, on peut utiliser 25 des dispositifs de commande en soi connus.

La cristallisation de substances formant des cristaux à partir de solutions sursaturées, comme par exemple la cristallisation du tartre, peut être entravée, retardée ou même empêchée par la présence d'inhibiteurs ou de retardateurs de cristallisation. Dans le cas du tartre, l'ion potassium se caractérise par une grande mobilité et une aptitude élevée à la cristallisation, tandis que l'ion acide tartrique est paresseux et l'aptitude à la cristallisation est entravée par le fait que l'ion acide tartrique est masqué par d'autres substances, c'est-à-dire par des 30 inhibiteurs de cristallisation, à travers lesquelles l'ion potassium ne peut se frayer un passage qu'exceptionnellement, probablement lorsqu'il arrive au centre en ligne droite.

35 Mais dans la mesure où les partenaires de la cristallisation se trouvent dans la surface limite entre gaz et liquide, où

le masquage de l'ion acide tartrique est incomplet, la fréquence de la rencontre des partenaires de la cristallisation est beaucoup plus élevée qu'au milieu du liquide.

Sur la base de cette observation, l'invention prévoit une 5 mesure complémentaire pour accroître la vitesse de cristallisation, consistant en ce qu'une solution sursaturée est traversée par des bulles de gaz.

Lorsqu'on fait passer et qu'on distribue très finement un gaz inerte, par exemple de l'azote, dans le courant de la solution 10 sursaturée, de sorte qu'il se forme une multitude de petites bulles ou, en d'autres termes, qu'une mousse soit produite, on introduit dans la solution sursaturée une surface limite gigantesque, c'est-à-dire qu'on augmente la probabilité la rencontre des partenaires de la cristallisation et qu'on parvient de la sorte à 15 une accélération significative du processus de cristallisation.

Ce procédé offre l'avantage qu'il est applicable au choix, aussi bien pour compléter des procédés connus, tels que le refroidissement ou l'électrodialyse, que sur des solutions qui n'ont été soumises à aucun traitement préalable de ce genre. Il convient 20 donc de manière remarquable en tant que développement du procédé de l'osmose inversée, puisque le concentrat qui est obtenu de la sorte peut être ensuite amené à une cristallisation accélérée à l'aide de bulles de gaz.

On utilise de préférence pour la formation des bulles de gaz, 25 un gaz essentiellement inerte à l'égard de la solution, afin d'éviter les réactions indésirables qui pourraient nécessiter un traitement ultérieur dans de nombreux cas.

Dans le cas de l'application de bulles de gaz à l'extraction du tartre, l'azote est par exemple un gaz particulièrement approprié pour la formation des bulles de gaz. Par ailleurs, on procède de préférence de sorte que le gaz qui a été utilisé pour les bulles de gaz soit récupéré et renvoyé dans le circuit.

Pour l'introduction des bulles de gaz, on se sert opportunément, d'après l'invention, d'un dispositif muni, pour la solution 35 sursaturée, d'un raccord, relié à un tube de gazéification qui contient un distributeur de gaz en communication avec une source de gaz par une conduite d'alimentation ; dans ces conditions, la sortie du tube de gazéification est raccordée à un cristallisateur et un filtre est monté à la suite de ce dernier pour séparer les

cristaux ; et un échappement pour le gaz est prévu au niveau du filtre. Un semblable dispositif permet une exécution en continu du procédé. Dans le tube de gazéification, la solution sursaturée est traversée par des bulles de gaz et le distributeur de gaz,

5 qui peut être par exemple constitué par un tamis, un tissu de matière plastique, une plaque de céramique frittée, etc., est destiné à ce que le gaz qui provient d'une source de gaz ou de la conduite de retour soit injecté dans la solution sous une forme finement divisée. Puis la solution sursaturée, traversée par de

10 fines bulles innombrables, s'écoule vers le cristallisateur. Les cristaux à extraire, qui représentent fréquemment un sous-produit précieux, peuvent être alors prélevés au niveau du filtre. En même temps, un échappement pour le gaz de traitement est prévu au niveau du filtre.

Dans ces conditions, le dispositif peut être opportunément 15 réalisé de sorte qu'il soit raccordé, à l'échappement du gaz au niveau du filtre, une conduite de retour qui contient une pompe d'aspiration et qui revient au distributeur de gaz.

Pour éviter l'entraînement de fractions liquides lors de l'aspiration du gaz, il est en outre avantageux de raccorder un séparateur de liquide à l'échappement de gaz au niveau du filtre.

20 D'après l'invention, il peut être également prévu une autre disposition pour éliminer dans une large mesure les effets nuisibles d'inhibiteurs ou de retardateurs de cristallisation. Il s'agit d'une mesure que l'on peut adopter à la place de l'utilisation ci-dessus décrite de bulles de gaz. Cette mesure consiste en 25 ce que la solution sursaturée est exposée à un courant alternatif. Un semblable traitement par un courant alternatif peut s'effectuer de préférence à la suite du traitement par osmose inversée. Dans le concentrat obtenu par osmose inversée, il se produit alors, sous l'effet du courant alternatif, une cristallisation accélérée.

30 Un autre traitement préalable, par exemple par électrodialyse, peut également précéder le traitement par le courant alternatif, bien que ce dernier puisse être mis en oeuvre avec succès, si on le désire, en tant que mesure autonome, indépendamment d'un traitement préalable de la solution sursaturée en question.

35 L'accélération d'un processus de cristallisation que l'on peut obtenir au moyen de courant alternatif est compréhensible quant à son mécanisme sur la base des considérations suivantes. Le mouvement propre des ions formateurs de cristaux n'est normalement

pas orienté, c'est-à-dire que la direction de mouvement des ions est une direction aléatoire. La probabilité pour que les partenaires de la cristallisation se rencontrent est faible. Mais si l'on place, sur le récipient de traitement ou sur une conduite parcourue par la solution à traiter, deux électrodes par lesquelles la solution peut être exposée à l'action d'un courant alternatif, les partenaires de la cristallisation sont accélérés et contraints à des mouvements orientés, la direction du mouvement étant inversée sous l'influence du courant alternatif à chaque alternance. Pour parler de façon imagée, on force les ions à effectuer des mouvements de va-et-vient dirigés parallèlement.

En raison de ce mouvement à orientation forcée, la fréquence de la rencontre des partenaires de la cristallisation est considérablement augmentée et, de la sorte, le processus de cristallisation est notablement accéléré.

Selon une forme de réalisation préférée, il est prévu que la solution sursaturée soit exposée à un courant alternatif dont la fréquence se situe entre 50 et 2000 hertz environ. En principe toutefois, n'importe quelle fréquence pourrait être utilisée ou adaptée au genre de la solution sursaturée à traiter. Il en va de même pour l'intensité du courant et la tension. Les grandeurs électriques seront choisies opportunément de sorte que la vitesse des partenaires de la cristallisation reste nettement au-dessous d'une valeur limite qui, si elle était dépassée, rendrait difficile ou empêcherait une réunion des partenaires de la cristallisation en raison d'une vitesse excessive.

Un dispositif approprié pour le traitement par courant alternatif est caractérisé par le fait qu'un raccord d'entrée pour la solution sursaturée est prévu et est raccordé à un tube de traitement auquel sont adjointes au moins deux électrodes connectées aux bornes d'une source de courant alternatif, par le fait qu'un champ alternatif est engendré à l'intérieur du tube de traitement et par le fait que la sortie du tube de traitement est raccordée à un cristallisateur à la suite duquel est monté un filtre approprié pour la séparation des cristaux, ce filtre étant relié à un raccord de sortie pour la solution débarrassée de cristaux.

Les raccords du dispositif servent à intercaler le dispositif selon l'invention dans un courant du liquide à traiter, par

exemple dans le passage entre deux réservoirs, mais ils peuvent être également reliés à une conduite de retour en vue d'un traitement répété du liquide en une opération cyclique. En tout cas, le liquide peut être traité en continu à l'intérieur du dispositif si, après avoir traversé le tube de traitement, la solution est acheminée vers un cristallisateur, c'est-à-dire un réservoir de culture des cristaux, pour laisser croître les microcristaux amorcés et les séparer dans un filtre disposé à la suite.

De préférence, il est intercalé, entre la source de courant alternatif et les électrodes, un convertisseur de fréquence qui délivre la fréquence voulue ou qui peut être réglé sur celle-ci.

On trouvera d'autres détails et caractéristiques de l'invention dans la description suivante d'exemples de réalisation de quelques dispositifs appropriés pour la réalisation de l'invention, description qui est donnée en référence aux dessins schématiques annexés.

La figure 1 représente un dispositif pour l'exécution de l'osmose inversée.

La figure 2 représente un dispositif pour faire passer des bulles de gaz à travers une solution sursaturée.

La figure 3 représente un dispositif pour le traitement d'une solution sursaturée par un courant alternatif.

La figure 1 des dessins représente un dispositif, désigné dans l'ensemble par 1, pour l'extraction du tartre du vin, dispositif qui peut être raccordé - par exemple au moyen de coudes 2 et 3 - à un réservoir A pour le vin à traiter et à un réservoir B pour le vin débarrassé du tartre. On a indiqué par la flèche X le sens général d'écoulement entre le réservoir A et le réservoir B.

Le vin qui provient du réservoir A traverse tout d'abord un compteur 4 de débit et, de là, il est acheminé vers une pompe à haute pression 5 par une conduite. A la suite de la pompe 5, qui sert de générateur de pression pour l'entrée du premier module, on peut monter, en cas de nécessité, un réservoir à air ou amortisseur de pulsations 6, pour compenser d'éventuels coups de bâlier de la pompe. A la suite est prévu, dans la conduite de sortie 7 de la pompe, un manomètre 8 pour surveiller la pression de pompage et maintenir la pression requise à l'entrée 9 du premier module  $M_1$ .

Comme on l'a déjà mentionné, le module  $M_1$  contient une membrane semiperméable qui laisse passer du vin pratiquement débarrassé de tartre, lequel est délivré à la sortie de perméat 10, tandis que la fraction du vin qui reste de l'autre côté de 5 la membrane et qui est enrichie de tartre dans la mesure correspondante, quitte le module par la sortie de concentrat 11. A la suite du module  $M_1$  est monté un autre module  $M_n$ , une conduite intermédiaire 12 reliant la sortie de concentrat 11 du premier module à l'entrée 13 du second module. Il est toutefois possible 10 de prévoir, dans le cadre de l'invention, un nombre quelconque de modules  $M_1$ ,  $M_2$ ,  $M_3$ ...  $M_n$ , dont chacun produit une nouvelle augmentation de la concentration. Entre différents modules, on peut intercaler aux points qui conviennent un dispositif pour 15 éléver la pression, selon ce qui est indiqué sur le dessin par la pompe 14 placée dans la conduite intermédiaire 12. Au lieu de cela, plusieurs de ces pompes élévatrices de pression peuvent être prévues successivement dans une conduite intermédiaire pour accroître la pression à l'entrée d'un module et, de la sorte, l'effet de l'osmose inversée. A la sortie de concentrat 11 de 20 l'unique module ou, selon le cas, à la sortie 15 du dernier module  $M_n$  est raccordée une conduite collectrice de concentrat 16 dans laquelle l'écoulement de concentrat est réglé au moyen d'une soupape de réglage 17 de sorte qu'un manomètre 18 indique la 25 pression requise et qu'un compteur 19 pour le débit indique la quantité voulue.

Les sorties de perméat 10 de tous les modules aboutissent à une conduite collectrice de perméat 20 dans laquelle est monté un compteur 21 pour le débit. La somme des valeurs indiquées sur les compteurs 19 et 21 pour le concentrat et le perméat doit 30 correspondre exactement au débit indiqué par le compteur 4 du côté entrée.

A la sortie de concentrat 15 du dernier module ou, le cas échéant, à la sortie de concentrat 11 de l'unique module est opportunément raccordé un branchement 22 par lequel un courant 35 partiel du concentrat, dont la grandeur peut être choisie à volonté au moyen d'une soupape de réglage 23 et lue au niveau d'un compteur 24, peut être renvoyé à l'entrée du premier ou d'un quelconque autre module.

Dans la conduite collectrice de concentrat 16 est en outre intercalé un cristallisateur 26 qui est dimensionné ou réalisé

de sorte qu'il se produise, pendant le temps de séjour, une croissance notable des microcristaux qui sont tout d'abord amorcés par concentration. Le cristallisateur 26 peut être muni d'une enveloppe réfrigérante et équipé d'un dispositif de prélèvement 5 (non représenté) pour les cristaux formés dont la présence a été indiquée par un astérisque 25. Toutefois, la séparation du tartre ou des cristaux peut aussi s'effectuer par sédimentation ou sur un filtre 27 qui est intercalé en un point approprié de la conduite collectrice de concentrat 16, avant que celle-ci n'atteigne 10 la conduite de sortie 28 qui réunit le concentrat, désormais largement débarrassé de tartre, au perméat collecté en provenance de la conduite collectrice 20. A partir de la conduite de sortie 28, le vin stabilisé coule dans le réservoir B qui peut être raccordé, de même que le réservoir A, au dispositif 1 au moyen 15 de tuyaux souples, de canalisations ou similaires.

Sur la figure 2 est également indiqué un réservoir A qui reçoit la solution sursaturée à traiter, en l'occurrence du vin, à partir duquel le tartre doit être séparé. A l'autre extrémité du dispositif se trouve un réservoir B correspondant qui recueille 20 le vin essentiellement débarrassé de tartre à la suite de l'exécution du procédé. En outre, dans le cadre d'autres processus de fabrication, des dispositifs pour le procédé selon l'invention peuvent être intercalés dans une conduite de passage. A cet effet, le dispositif présente des raccords 31 et 32, indiqués 25 schématiquement, pour des tuyaux souples, des canalisations ou similaires.

Dans l'exemple de réalisation considéré ici, le raccord 31 aboutit à une pompe P qui aspire le vin du réservoir A et le pompe dans un tube de gazéification 33 sous la forme d'un récipient de passage élargi. Dans le tube de gazéification 33 est disposé un distributeur de gaz 34 dans lequel de l'azote est injecté par une conduite 35. La conduite 35 est raccordée à un réservoir d'azote 37 avec interposition d'une soupape d'arrêt 36. Le distributeur de gaz 34 est destiné à ce que le gaz amené sous 30 pression à partir de la conduite 35 ou du réservoir 37 soit injecté sous forme très finement divisée dans le vin qui passe à l'intérieur du tube de gazéification 33.

La solution sursaturée et maintenant parcourue par de fines bulles de gaz innombrables, en l'occurrence du vin, coule ensuite

dans un cristallisateur 38 de dimensions appropriées, dans lequel les microcristaux amorcés par la gazéification et, le cas échéant, par un traitement précédent, par exemple par osmose inversée, croissent jusqu'à des grosseurs de particules qui se 5 prêtent à une filtration. Le cristallisateur 38 est suivi par un filtre 39. Là, les cristaux formés dans le cristallisateur 38 et indiqués par de petits astérisques 40 sont extraits par filtration. En outre, il est prévu, au niveau du filtre 39, un échappement 41 pour le gaz de traitement avec un séparateur de 10 liquide 42, à partir duquel une conduite de retour de gaz 43 ramène l'azote récupéré dans le dispositif. La conduite 43 contient une pompe d'aspiration 44 qui a pour fonctions, d'une part de soutenir l'évacuation de l'azote à partir du filtre 39 ou du séparateur de liquide 42 et, d'autre part, d'amener l'azote 15 récupéré au distributeur de gaz 34 sous la pression nécessaire.

Le vin débarrassé du tartre dans le filtre 39 s'écoule alors par le raccord 32 dans le réservoir B. Le sens de l'écoulement est indiqué par une flèche 45.

Etant donné qu'au cours du traitement, on peut utiliser le 20 gaz récupéré par la conduite de retour 43, la source de gaz 37 n'est pratiquement nécessaire que pour le démarrage du processus. L'alimentation est ensuite interrompue au moyen de la soupape 36 et la source de gaz 37 peut être utilisée éventuellement pour le 25 démarrage d'une opération qui se déroule parallèlement.

Au cas où le procédé et le dispositif pour le traitement par des bulles de gaz ne sont pas utilisés de manière autonome, mais sont destinés à compléter un traitement précédent destiné à accélérer la cristallisation, par exemple par osmose inversée, un dispositif selon la figure 2 peut être intercalé par ses raccords 31 et 32, par exemple dans le dispositif de la figure 1 immédiatement à la suite du compteur 19 et remplacer le cristalliseur 26 ainsi que le filtre 27 de la figure 1.

La figure 3 représente de nouveau les réservoirs A et B, lesquels sont d'ailleurs représentés à une échelle relativement 35 petite sur le dessin pour des raisons de place, alors qu'en pratique de grandes quantités de liquide peuvent être traitées avec des réservoirs de dimensions appropriées ou même dans une conduite de passage. Le sens de l'écoulement est indiqué par une flèche Z.

Au niveau d'un raccord 51, le réservoir A est relié au dispositif au moyen de tuyaux, d'une canalisation souple ou similaires. La solution sursaturée en provenance du réservoir A est transférée, de préférence au moyen d'une pompe 52, dans un tube de traitement 53 sur les côtés opposés duquel sont appliquées deux électrodes 53'. Par l'intermédiaire d'un convertisseur de fréquence 54, les électrodes 53' sont alimentées à partir d'une source de courant (non représentée) en un courant alternatif dont la fréquence est déterminée par le convertisseur 54 ou par le réglage de celui-ci. Tension et intensité de courant peuvent être choisies en fonction du cas particulier. Lorsque les électrodes 53' sont sous courant, il est produit entre elles un champ alternatif qui a pour effet que les ions effectuent, à l'intérieur du tube de traitement 53, un mouvement de va-et-vient orienté qui se superpose alors à la direction du courant à travers le tube de traitement 53, indiquée par la flèche Z.

Après avoir traversé le tube de traitement 53, la solution sursaturée coule dans un cristallisateur 55 de dimensions appropriées. Puis les cristaux, qui sont indiqués sur le dessin par des astérisques 60, sont extraits par filtration dans un filtre 56 disposé à la suite. Le liquide désormais débarrassé de cristaux parvient, par l'intermédiaire d'un autre raccord 57, au réservoir B qui est relié lui aussi à ce raccord 57 par un tuyau souple, une canalisation ou similaire.

Pour engendrer le champ alternatif, on peut aussi utiliser plus de deux électrodes et celles-ci peuvent être appliquées, de même que sur un tube de traitement ou une conduite qui est parcourue par le liquide, sur un réservoir dans lequel se trouve au repos le liquide à traiter. On peut aussi adopter une disposition des électrodes d'après laquelle une électrode qui se trouve en position centrale ou axiale à l'intérieur du tube de traitement coopère avec une électrode qui entoure ce tube.

Il va de soi que l'invention n'est pas liée aux détails des exemples de réalisation représentés schématiquement. Au contraire, les différents éléments des dispositifs peuvent être choisis de manière appropriée et adaptés, quant à leur volume et leurs caractéristiques, à la solution sursaturée à traiter. En tant que filtre, on peut utiliser des modèles de n'importe quel type connu, aussi bien des filtres fonctionnant en continu qu'en

discontinu. Des dispositifs selon l'invention peuvent être réalisés sous forme d'ensembles complets et mis en oeuvre au choix à poste fixe ou de manière mobile. Ils peuvent être par exemple montés sur un véhicule pour être mis en poste en différents endroits en fonction des besoins.

REVENDICATIONS

1. Procédé pour accélérer la cristallisation, en particulier en vue de la séparation du tartre à partir du vin, caractérisé en ce que la solution est divisée temporairement en perméat et en concentrat et en ce que la cristallisation de sels en excès, par exemple de l'excès de tartre, se produit de façon naturelle dans le concentrat, si bien que les cristaux peuvent être séparés, après quoi les deux fractions, perméat et concentrat, sont réunies.
2. Procédé selon la revendication 1 pour la séparation du tartre, caractérisé en ce que des quantités appropriées d'acide tartrique pur ou d'un sel pur de l'acide tartrique sont ajoutées pour compenser les pertes de substances résultant de la cristallisation.
3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce qu'il est procédé à un traitement additionnel pour stabiliser ou améliorer le vin, au choix dans le perméat ou dans le concentrat pendant la séparation passagère de ceux-ci.
4. Procédé suivant la revendication 1 pour accélérer la cristallisation dans une solution sursaturée, caractérisé en ce que celle-ci est parcourue par des bulles de gaz.
5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce qu'on utilise, pour la formation des bulles de gaz, un gaz qui est essentiellement inerte à l'égard de la solution et qui présente une solubilité nulle ou minimale dans le liquide.
6. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que pour la séparation de tartre, on utilise de l'azote pour la formation de bulles de gaz.
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 4 à 6 caractérisé en ce que le gaz qui a été utilisé pour les bulles de gaz est récupéré et réutilisé en circuit fermé.
8. Procédé suivant la revendication 4, caractérisé en ce que la solution sursaturée est exposée à un courant alternatif.
9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que la solution est exposée à un courant alternatif dont la fréquence se situe entre 50 et 2000 hertz environ.

10. Dispositif pour la mise en oeuvre du procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'il est prévu au moins un module ( $M_1$ ) à osmose inversée avec une entrée qui peut être raccordée à un dispositif 5 générateur de pression, avec une sortie de concentrat 11 qui est raccordée à une conduite collectrice de concentrat 16 et avec une sortie de perméat 10 qui est reliée à une conduite collectrice de perméat 20, une soupape de réglage 17 pour le débit et un dispositif 27 pour la séparation de cristaux étant intercalés dans la conduite collectrice de concentrat 16 et un appareil de mesure 21 pour le débit étant monté dans la conduite collectrice de perméat 20, les deux conduites collectrices 16 et 21 débouchant dans une conduite commune de sortie 28.

11. Dispositif selon la revendication 10, caractérisé en ce que plusieurs modules ( $M_1, M_n$ ) sont disposés les uns à la suite des autres de sorte que la sortie de concentrat 11 du module précédent  $M_1$  soit raccordée à l'entrée 13 du module suivant  $M_n$  par une conduite intermédiaire 12 et que les sorties de perméat 10 soient raccordées à la conduite collectrice de perméat 20.

12. Dispositif selon la revendication 11, caractérisé en ce qu'au moins un dispositif 14 élévateur de pression est intercalé dans au moins une conduite intermédiaire 12.

13. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 10 à 12, caractérisé en ce que le dispositif générateur de pression 5 ou élévateur de pression 14 est une pompe.

14. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 10 à 13, caractérisé en ce qu'une sortie de concentrat 15 est raccordée à un branchement 22 qui retourne à une entrée 9 d'un module situé en amont.

15. Dispositif selon la revendication 14, caractérisé en ce que le branchement 22 contient une soupape de réglage 23.

16. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 10 à 15, caractérisé en ce que la conduite collectrice de concentrat 16 contient un cristallisateur 26.

17. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 10 à 16, caractérisé en ce que la conduite collectrice de concentrat 16 contient un filtre 27 pour cristaux, à fonctionnement continu ou discontinu.

18. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 10 à 17, caractérisé en ce que la soupape de réglage 17 dans la conduite collectrice de concentrat 16 est commandée automatiquement sous la dépendance du débit dans la conduite collectrice de perméat 20.

5 19. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 10 à 18, caractérisé en ce que le dispositif est réalisé sous forme d'ensemble complet, au choix fixe ou mobile.

10 20. Dispositif pour le procédé selon l'une quelconque des revendications 4 à 7, caractérisé en ce qu'un raccord 31 pour la solution sursaturée est prévu et raccordé à un tube de gazéification 33 qui contient un distributeur de gaz 34 qui est raccordé par une conduite d'alimentation 35 à une source de gaz 37, en ce que la sortie du tube de gazéification est raccordée à un cristallisateur 38 et un filtre 39 est monté à la suite du cristallisateur pour la séparation des cristaux ; et en ce qu'un échappement 41 pour le gaz est prévu au niveau du filtre.

15 21. Dispositif selon la revendication 20, caractérisé en ce qu'il est raccordé, à l'échappement de gaz 41 du filtre, une conduite de retour 43 qui contient une pompe d'aspiration 44 et qui revient au distributeur de gaz 34.

20 22. Dispositif selon la revendication 19 ou 20, caractérisé en ce qu'un séparateur de liquide 42 est raccordé à l'échappement de gaz 41 du filtre 39.

25 23. Dispositif pour le procédé selon la revendication 8 ou 9, caractérisé en ce qu'un raccord d'entrée 51 pour la solution sursaturée est prévu et raccordé à un tube de traitement 53 auquel sont adjointes au moins deux électrodes 53' connectées aux bornes 54' d'une source de courant alternatif, de telle manière qu'un champ alternatif soit engendré à l'intérieur du tube de traitement, et en ce que la sortie du tube de traitement est raccordée à un cristallisateur 55 à la suite duquel est monté un filtre 56 approprié pour la séparation de cristaux, ce filtre étant relié à un raccord de sortie 57 pour la solution débarrassée de cristaux.

30 35 24. Dispositif selon la revendication 23, caractérisé en ce qu'un convertisseur de fréquence 54 est intercalé entre la source de courant alternatif et les électrodes 53'.

2245396

PL.I  
3

Fig. 1

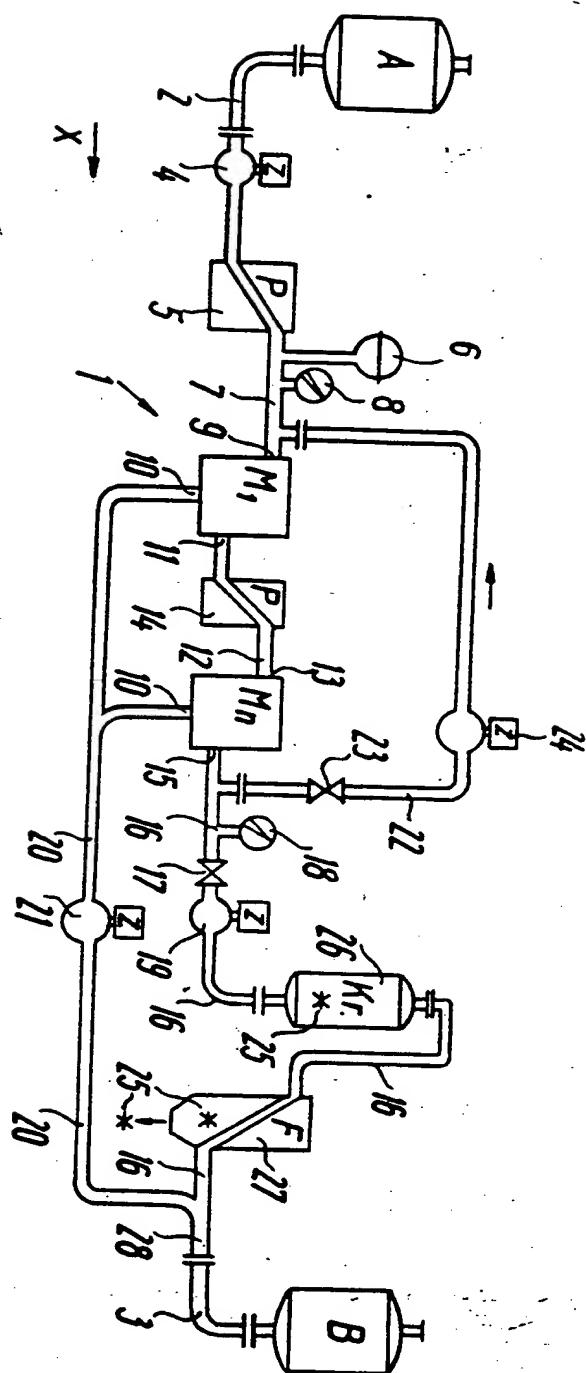
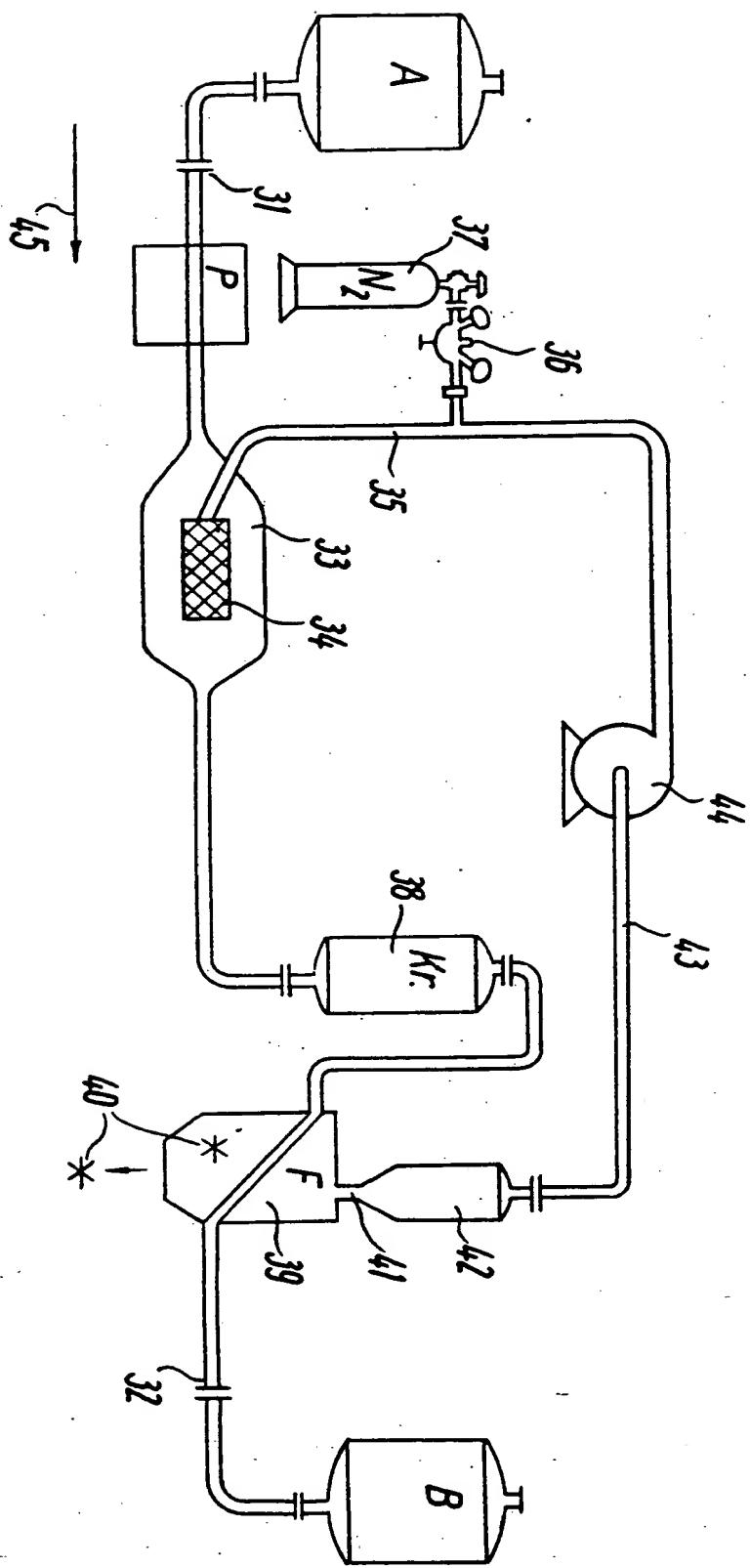


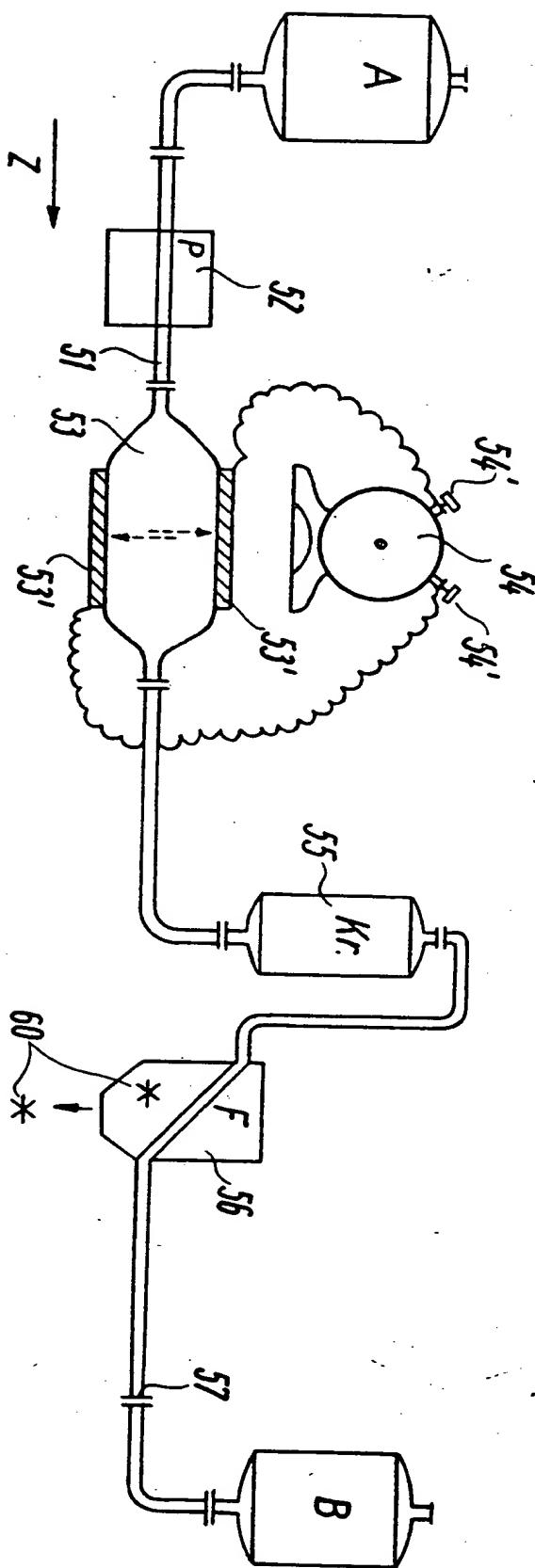
Fig. 2



2245396

Fig.3

PL. III



This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT OR DRAWING
- BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- GRAY SCALE DOCUMENTS
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**  
**As rescanning documents *will not* correct images**  
**problems checked, please do not report the**  
**problems to the IFW Image Problem Mailbox**